| ( | 19 | Japan | Patent | Office | (JP) |
|---|----|-------|--------|--------|------|
|---|----|-------|--------|--------|------|

(11) Patent Application Publication No.

# (12) Patent Gazette (A)

## S62-138514

| (51) Int. Cl. <sup>4</sup> | ID Code | Internal Ref. No.          | (43) Publication Date: June 22, 1987    |
|----------------------------|---------|----------------------------|---|
| C 08 F 283/02              | MQS     | 6681-4J                    |   |
| G 02 B 1/04                |         | 7915-2H                    |   |
|                            |         | Examination: Not requested | No. of inventions: 1 (8 pages in total) |

(54) Title of the Invention: Re

Resin Material for Optical Use

(21) Application No.

S60-278285

(22) Filing Date

December 11, 1985

| (72) Inventor  | Seizo SUGIWARA                     |
|----------------|------------------------------------|
| (72) Inventor  | Fumiaki KANEGA                     |
| (72) Inventor  | Hiromasa KAWAI                     |
| (72) Inventor  | Yoshiyuki KATO                     |
| (71) Applicant | Hitachi Chemical Co., Ltd          |
| (71) A         | TZ 11. 11 XXZ A IZ A D A XZ A CITT |

(74) Agent Kunihiko WAKABAYASHI Patent Attorney

# What is claimed is:

- 1. A resin material for an optical use comprising 90 to 50% by weight of a linear aromatic polycarbonate and 10 to 50% by weight of a polymer, wherein the polymer has a refractive index difference with the linear aromatic polycarbonate of an absolute value within 0.01, is a polymer of an unsaturated compound having an aromatic vinyl compound as a necessary component, and is obtained by polymerizing the unsaturated compound having an aromatic vinyl compound as a necessary component in the presence of the linear aromatic polycarbonate.
- 2. The resin material for an optical use according to claim 1, wherein the polymer is obtained by impregnating the linear aromatic polycarbonate with the unsaturated compound having an aromatic vinyl compound as a necessary component and polymerizing.

# ⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

#### ⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭62 - 138514

@Int Cl.4

②発

⑫発

明 者

明 者 識別記号

庁内整理番号

匈公開 昭和62年(1987)6月22日

C 08 F 283/02 G 02 B 1/04

MQS

6681-4J 7915-2H

未請求 発明の数 1 (全8頁) 審査請求

69発明の名称 光学用樹脂材料

> 20特 願 昭60-278285

29出 昭60(1985)12月11日

②発 明 者 菅 原 凊 市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場 内

文

市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場 内

宏 政

市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場

明

②発 眀 者 ħп 藤 芳 行

金

徊

賀

合

市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場

内

人 ⑦出 願 日立化成工業株式会社 邳代 理

弁理士 若林 邦彦 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

1. 発明の名称

光学用樹脂材料

### 2. 特許請求の範囲

1. 直鎖芳香族ポリカーポネート90~50重 **並る及び該直鎖状ポリカーポネートとの屈折率の** 差が絶対値で0.01以内であつて芳香族ビニル化 合物を必須成分とする不飽和化合物の重合体10 ~50重量がを含有してなり、該重合体が該直鎖 芳香族ポリカーポネートの存在下に芳香族ピニル 化合物を必須成分とする不飽和化合物を重合させ て得られるものである光学用樹脂材料。

2. 重合体が直鎖芳香族ポリカーボネートに芳 香族ビニル化合物を必須成分とする不飽和化合物 を含浸させて重合して得られるものである特許語 求の範囲第1項記載の光学用樹脂材料。

### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は, プラスチック光学累子を射出成型, 圧縮成型等によつて製造するのに適した光学用樹 脂材料に関する。

(従来の技術)

プラスチツク光学用素子は、ガラス製のものに 較べて軽く、耐衝撃性が良く研摩が不要で、大批 生産が可能でかつ非球面レンズを位産できるとい **り利点を有しているため、近年その需要が増大し** つつある。

しかし、一方プラスチック光学用素子はガラス 製のものに較べ精度が悪く,屈折率の選択幅が小 さく,複屈折が大きいという欠点を有している。 特に,レーザー光を利用した光による情報の読み 取り、沓き込み等で使用される基盤においてはそ の面上への数ミクロンのピットの成型性や複屈折 性などが大きな問題となつている。

ブラスチック光学索子の複屈折性は, 索材その ものの特性および成型条件によつて変化する。そ のため、プラスチック光学素子の複屈折の低減化 は成型条件に頼るのが主であつた。しかしより、 精密を光学素子に対する要求が高まるに従い, 成 型条件では回避しがたい複屈折条件を素材そのも

ので行なり必要性が生じてきた。

との様な光学用プラスチック材料としてはメタクリレート系ポリマーとポリカーボネート系材料とがある。メタクリレート系材料は光学用プラスチック材料のもう一つの要求性能である低吸湿性に問題があり、これを改善するためには耐衝撃性や耐熱性に弊害を生じる。特にポリカーボネートのような低吸湿性を有し、100℃以上の耐熱性や耐衝撃性を有する材料をメタクリレート系ポリマーで得ることは不可能である。

一方,ポリカーボネート系材料は低吸湿性・高 耐熱性・耐衝撃性に**促**れている。

ポリカーボネート系材料としては、主に、ビスフェノール骨核を有する直鎖状ポリカーボネートが使用される。また、このようなポリカーボネートとスチレン系樹脂などの高流動性樹脂とのプレンド物も知られている(特公昭55-4143号公報)。

(発明が解決しようとする問題点)

ポリカーポネート系材料は、上記のとむり、耐

で, さらに, ジオクチルフタレート等の相溶剤を 添加する方法も考えられているが, との方法では, 耐熱性が著しく低下する。

このように、ポリカーボネート系樹脂は、優れた性質を有しているにもかかわらず、この性質を 保持しつつ、大きな欠点である複屈折性を改善し、 しかも、実用性に富む材料となつていない。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、直鎖状ポリカーボネート90~50 重量多及び該直鎖状ポリカーボネートとの屈折率 の差が絶対値で0.01以内であつて芳香族ビニル 化合物を必須成分とする不飽和化合物の重合体 10~50重量多を含有してなり、該重合体が該 値鎖芳香族ポリカーボネートの存在下に芳香族ビ ニル化合物を必須成分とする不飽和化合物を底合 させて得られるものである光学用樹脂材料に関する

本発明における直鎖状芳香族ポリカーボネート とは、4.4′-ジヒドロキンジフェニルアルカン又 はこれらのハロゲン置換体からホスゲン法または 熱性,低吸湿性及び耐衝撃性に優れるが,複屈折 性が大きいという問題点がある。

この問題点を解決する方法として考えられる方法は、第1に、ポリカーポネートの主貨核である ビスフェノール骨核を変えることが考えられる。 しかし、この骨核が少し変わつても、樹脂全体の 特性が著しく変化する(例えば、耐溶剤性、耐熱 性、耐吸湿性、耐衝撃性、曲げ強度等が低下する) ため、特に、ポリカーポネートの特徴である耐熱 性が著しく低下するため、この方法は好ましくない。

第2に、ポリカーボネートの分子量を小さくすることが考えられる。しかし、この方法で、ポリカーボネート樹脂の好ましい特性を保つ分子量に下限があり、この下限の分子量でも復屈折性が大きく、問題点の解決にならない。

第3に、前記公報に記載されるように、スチレン系樹脂とのプレンドがあるが、ポリカーボネートとスチレン系樹脂は相溶性が悪く、成型品に層 状剝離が生じるため実用化は困難であつた。そこ

エステル交換法によつて得られるポリカーポネートである。

4.4 - ジヒドロキシジフエニルアルカン又はこれらのハロゲン置換体としては、例えば、4.4 - ジヒドロキンジフエニルメタン、4.4 - ジヒドロキンジフエニルエタン、4.4 - ジヒドロキンジフエニルー2.2 - プロパン、3.3、5.5 - テトラフルオロー4.4 - ジヒドロキンジフエニルー2.2 - プロパン、3.3、5.5 - テトラフルオロー4.4 - ジヒドロキンジフエニルー2.2 - プロパン、3.3 - ジフロニー4.4 - ジヒドロキンジフエニルー2.2 - プロパン、3.3 - ジフロニー4.4 - ジヒドロキンジフエニルー2.2 - プロパン等がある。

本発明の重合体は、芳香族ビニル化合物を必須成分とする不飽和化合物の重合体である。

芳香族ビニル化合物としては、スチレン又はα ーメチルスチレン、αーエチルスチレン、αーフ ルオロスチレン、αークロルスチレン等のαー置 換スチレン、フルオロスチレン、クロルスチレン、 プロモスチレン, メチルスチレン, プチルスチレン, メトキシスチレン等の核置換スチレンがある。 本発明の不飽和化合物は, 芳香族ビニル化合物以外に適宜他の重合性不飽和単址体を含む。

他の重合性不飽和単量体としては、不飽和脂肪酸エステル、シアン化ビニル化合物、不飽和二塩 拡酸又はその誘導体、不飽和脂肪酸又はその誘導 体等がある。

不飽和脂肪酸エステルとしては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸フチル、アクリル酸フチル、アクリル酸ファル、アクリル酸ファルキンル、アクリル酸ンクロヘキンル、アクリル酸ボルニル、アクリル酸インボルニル、アクリル酸ファクリンクロデンルアクリレート等のアフリル酸ンクロアルキルエステル、アクリル酸プロテルとい、アクリル酸プロマエニル、アクリル酸フロロフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸プロモフェニル、アクリル酸フレオロン

ステル, メタクリル酸フルオロフエニル, メタク リル酸クロロフエニル,メタクリル酸プロモフエ ニル,メタクリル酸フルオロペンジル。メタクリ ル酸クロロベンジル、メタクリル酸プロモベンジ ル等のメタクリル酸懺換芳香族エステル。メタク リル酸フルオロメチル,メタクリル酸フルオロエ チル,メタクリル酸クロロエチル,メタクリル酸 プロモエチル等のメタクリル酸ハロゲン化アルキ ルエステル,メタクリル酸ヒドロキシアルキルエ ステル、メタクリル酸グリンジル、メタクリル酸 エチレングリコールエステル。メタクリル酸ポリ エチレングリコールエステル。メタクリル酸アル キルアミノアルキルエステル。メタクリル酸シア ノアルキルエステルなどのメタクリル酸エステル。 α-フルオロアクリル酸エステル, α-クロロア クリル酸エステル, α-シアノアクリル酸エステ ルなどのα~置換アクリル酸エステルなどがある。 シアン化ビニル化合物としては、アクリロニト リル、メタクリロニトリル等がある。

不飽和二塩基酸及びその誘導体としては、N-

ジル、アクリル酸クロロベンジル、アクリル酸ブ ロモペンジル等のアクリル酸鼠換芳香族エステル, アクリル酸フルオロメチル、アクリル酸フルオロ エチル、アクリル酸クロロエチル、アクリル酸プ ロモエチル等のアクリル酸ハロゲン化アルキルエ ステル。アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル。 アクリル酸グリシジル。アクリル酸エチレングリ コールエステル,アクリル酸ポリエチレングリコ ールエステル, アクリル酸 アルキルアミノアルキ ルエステル,アクリル酸シアノアルキルエステル などのアクリル酸エステル。メタクリル酸メチル。 メタクリル酸エチル、メタクリル酸プチル。メタ クリル酸2-エチルヘキシル等のメタクリル酸ア ルキルエステル,メタクリル酸シクロヘキシル。 メタクリル酸メチルシクロヘキシル,メタクリル 酸ポルニル,メタクリル酸イソポルニル,メタク リル酸アダマンチル,トリシクロデシルメタクリ レート等のメタクリル酸シクロアルキルエステル。 メタクリル酸フエニル,メタクリル酸ペンジル, メタクリル酸ナフチル等のメタクリル酸芳香族エ

メチルマレイミド、Nーエチルマレイミド、Nープロピルマレイミド、Nープチルマレイミド、N ーシクロヘキシルマレイミド、Nーフエニルマレイミド、Nーメチルフエニルマレイミド、Nーターロフエニルマレイミド、Nーメトキシフエニルマレイミド、Nーカルボキシフエニルマレイミド、Nーカルボキシフエニルマレイミド等のNー量換マレイミド、マレイン酸、無水マレイン酸、ファル酸等がある。

不飽和脂肪酸及びその誘導体としては、アクリルアミド、メタクリルアミド、Nージメチルアクリルアミド、Nージスチルメタクリルアミド、Nージエチルメタクリルアミド等の(メタ)アクリルでは、アクリル酸カルシウム、メタクリル酸カルシウム、アクリル酸パリウム、アクリル酸鉛、メタクリル酸鉛、アクリル酸ではメタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、メタクリル酸では、アクリル酸、メタクリル酸などがある。

本発明において、他の重合性不飽和単量体は、

芳香族ビニル化合物及び他の重合性不飽和単位体の重合体の屈折率と前記直鎖状芳香族ポリカーボネートの屈折率の差が絶対値で 0.01以内になるように調整して使用される。この屈折率の差が絶対値で 0.01より大きくなると復屈折率の改善が困難になり、また光線透過率、強化が増大しやすくなる。

このような条件を瀕たすのに好ましい不飽和化 合物の組成を具体例で示すと次のとおりである。

(a) スチレン 100~86重世%及び

メタクリル酸メチル0~14重位%。

(b) オルトークロロスチレン 85~73重量を 及び

メタクリル酸メチル 15~27重量る。

(c) スチレン 100~30重数を 及び

メタクリル酸フエニル 0~70重量系。

(d) スチレン 100~78重量 **%** 及び

ポネートと前記不飽和化合物を混合し、静置又は 攪拌する方法。これらを水中で混合し懸濁させる 方法、前記直鎖状芳香族ポリカーポネートに前記 不飽和化合物をスプレ状でふきつける方法等があ る。との場合,含度を十分に均一に行なわせるた めに、両者を充分を時間接触させるのが好ましく、 特に,この間,重合が進行しない程度に加熱する のが好ましい。また,前配不飽和化合物には,予 め,重合開始剤を溶解させておくのが好ましいが, 該不飽和化合物の大部分を例えば、80~90℃ の温度下に直鎖状芳香族ポリカーポネートに含浸 させた後、重合開始剤を溶解させた残りの不飽和 化合物を、該重合開始剤の活性温度より低い温度。 例えば40~60℃で含浸させるのが,最も好ま しい。含浸法によれば直鎖状芳香族ポリカーポネ ート中の不飽和化合物の濃度を最も均一にさせや すく、特に、懸濁状態で行なりのが好ましい。

重合に用いる開始剤としては、例えば過酸化ペンゾイル、過酸化ラウロイル、ジー t ープチルパーオキシへキサヒドロテレフタゼート、 t ープチ

トリンクロ (5.21.0<sup>26</sup>) デカー8 - イル - メタクリレート 0~22 重量 8

なお、本発明において、前記重合体の屈折率は、 直鎖芳香族ポリカーポネートの不存在下に不飽和 化合物を重合させて得た重合体の屈折率によつて 確認し、この屈折率と直鎖芳香族ポリカーポネー トの屈折率から、両者の屈折率の差を求めるもの である。

本発明において、前記重合体は、直鎖芳香族ポリカーボネートの存在下に、前記不飽和化合物を重合させて得られ、この結果、本発明に係る光学用樹脂材料を得ることができる。このために、重合前に、予め、前記直鎖状芳香族ポリカーボネートと前記不飽和化合物が混合される。

混合方法としては、前記直鎖状芳香族ポリカーボネートに前記不飽和化合物を充分に含浸させる方法が好ましい。このために、前記直鎖状芳香族ポリカーボネートは、ペレット状、粉砕された細片、粉末等の形状のものを使用するのが好ましい。混合操作としては、前記直鎖状芳香族ポリカー

ルパーオキシー2 - エチルヘキサノエート。1.1 ージーtープチルパーオキシー3,35~トリメチ ルシクロヘキサンなどの有機過酸化物,アゾヒス イソプチロニトリル, アゾピスー4ーメトキシー 24-ジメチルバレロニトリル、アゾビスシクロ ヘキサノン・1 -カルポニトリル。アゾジベンゾ イルなどのアゾ化合物。過硫酸カリウム,過硫酸 アンモニウムに代表される水溶性触媒及び過酸化 物あるいは過硫酸塩と遺元剤の組合せによるレド ツクス触媒など通常のラジカル重合に使用できる ものはいずれも可能である。重合触媒はモノマー の総盤に対して 0.01~10重量多の範囲で使用 されるのが好ましい。重合調節剤としてのメルカ プタン系化合物, チオグリコール, 四臭化炭素, αーメチルスチレンダイマーなどが分子量調節の ために必要に応じて添加しりる。

重合温度は 0 ~ 2 0 0 ℃の間で適宜選択するの が好ましく、特に 5 0 ~ 1 2 0 ℃が好ましい。

重合方法としては、直鎖状芳香族ポリカーボネ --トと重合性不飽和単量体の混合物は、それを塊 状で重合させてもよいが、後処理のしやすさから、水性媒体中に懸濁させて重合させるのが好ましい。この場合、懸濁剤及び必要に応じ懸濁助剤が添加される。懸濁剤としては、ボリビニルアルコール、メチルセルロース、ボリアクリルアミド等の水溶性高分子、燐酸カルシウム、ビロ燐酸マグネシウム等の難溶性無機物質等があり、水溶性高分子はモノマーの総量に対して0.05~8.5重量を使用するのが好ましい。

懸傷助剤としては、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ等の陰イオン界面活性剤があり、懸濁剤として難溶性無機物質を使用する場合は、併用する方が好ましい。懸濁助剤はモノマーの総量に対して0001~0.4重量を使用するのが好ましい。

本発明に係る光学用樹脂材料には耐光性向上のため紫外線吸収剤を添加してもよい。紫外線吸収剤としては可視光領域の光線透過率を低下させないものならば特に制限はない。具体例としてはオルトヒドロギンサリチル酸フエニル化合物, オルト

て使用してもよい。

これらの添加剤は、前記重合中に添加してもよ く、本発明の光学樹脂材料と溶触混練して混合し てもよいが、前者の方が好ましい。

また、得られた成形品表面に、MgF2、SiO2 等の無機化合物を真空蒸着法、スパッタリング法、イオンブレーティング法等によつてコーティング すること、成形品表面をシランカップリング刑等の有機シリコン化合物、ビニルモノマー、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、フッ素系樹脂、シリコーン樹脂等をハードコートすることなどによつて、耐湿性、光学特性、耐薬品性、耐摩耗性、繰り止め等を向上させることもできる。

### (実施例)

次に、本発明の実施例を示す。

### 参考例1

アンカー翼を付帯したステンレス製反応器内を 激素で充分懺換した後、窒素流通下ピスフェノー ルA 228.2g (1 mol), ジフエニルカーボネ ート203.8g (0.95 mol), フエニルりん酸 ヒドロキシベンゾフェノン化合物,2-(0-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール系化合物,シアノアクリレート系化合物等を用いることができる。また, 流動性をさらに向上させるため,耐熱性を著しく損わない範囲で可塑剤を加えてもよい。

可塑剤としては2-エチルへキシルフタレート、 ジオクチルフタレート、トリデカニルフタレート 等のアルキルフタレート類、2-エチルヘキシル アジベートのような二塩基酸のアルキルエステル 類、リン酸トリオクチルのようなリン酸アルキル エステル類、エポキシ化脂肪酸エステル類、ポリ エステル系可塑剤等が挙げられる。

本発明に係る光学用樹脂材料には、その使用にあたつて、劣化防止、熱的安定性、成形性、加工性等の観点から、フェノール系、ホスファイト系、チオエーテル系などの抗酸化剤、脂肪族アルコール、脂肪酸エステル、フタル酸エステル、トリグリセライド類、フツ素系界面活性剤、高級脂肪酸金属塩などの離型剤、その他滑剤、可塑剤、帯電防止剤、難燃剤、重金属不活性化剤などを添加し

0.0002gを添加し内温130℃~150℃
100mmHgでフェノールを留出させながら180分間反応させた後徐々に真空度を上げながら昇温し、1時間後に0.3mmHg250℃にした。真空度0.3mmHgを保ちながら内温250~260℃で更にフェノールを留出させながら3時間重縮合反応せしめて直鎖状芳香族ポリカーボネートを得た。これを押出し機でペレット状にした。これを280~300℃、100kg/cm²でプレス成形し、透明板を得た。この透明プラスチック板の屈折率(π²5)は1.586であつた。

# 参考例2~16

表1 に示す組成の不飽和化合物100重量部及びペンソイツクパーオキサイド1.2 重量部を500 ml フラスコ内に仕込み、均一溶液とし、フラスコ内の空気を窒素ガスで置換したのち、該均一溶液の脱気処理を行なつた。

ついで、均一溶液をガラスセルに注入して密封 し、65℃の温水中で10時間加熱した後、エア ーオーブン中にて、90℃で2時間、110℃で

# 特開昭62-138514 (6)

袋1 組成および屈折率

8 時間,120℃で2時間加熱して重合させ,
200㎜×200㎜×3㎜の透明なキャスト板を 得た。このキャスト板を用いて,屈折率(n²5)を 25℃にて,アッペ屈折針で測定した。この結果 及び参考例1で得られた直鎖状芳香族ポリカーポ ネートとの屈折率の差(絶対値)を表1に示す。

以下杂点

| Λ       | 不     | 的和化                 |     | 参考例1     |            |           |                    |
|---------|-------|---------------------|-----|----------|------------|-----------|--------------------|
| 参考例     | スチレン  | 0 - ク<br>ロルス<br>チレン | リル酸 | リル酸      | (5,2,1,02) | 回折率<br>25 | のポリカートとの抵抗を発し、他対値) |
| 2       | 9 4   | -                   | 6   | <u> </u> | -          | 1.586     | 0.000              |
| 3       | 100   |                     |     | -        |            | 1.592     | 0.006              |
| 4       | 8 4   | _                   | 1 6 |          | -          | 1.576     | 0.010              |
| 5       | 7 0   | _                   | 3 0 | -        | -          | 1.561     | 0.025              |
| 6       | _     | 100                 | -   | _        | -          | 1.610     | 0.026              |
| 7       | _     | 8 0                 | 2 0 | _        | _          | 1.586     | 0.000              |
| 8       | _     | 7 0                 | 3 0 | -        | _          | 1.574     | 0.012              |
| 9       | 7 0   | _                   | -   | 3 0      | -          | 1.586     | 0.000              |
| 10      | 6 6.4 | _                   | -   | 3 3, 6   | -          | 1.586     | 0.000              |
| 1 1     | 3 0   |                     |     | 7 0      | -          | 1.577     | 0.009              |
| 1 2     | -     | -                   | -   | 100      | _          | 1.570     | 0.016              |
| 13      | 8 5   | -                   | -   |          | 1 5        | 1.586     | 0.000              |
| 1 4     | 8 4.8 | -                   |     | -        | 1 5. 2     | 1.586     | 0.000              |
| 1 5     | 7 8   | _                   | -   | -        | 2 2        | 1.577     | 0.009              |
| 16 70 - |       | - 1                 | - 1 | -        | 3 0        | 1.571     | 0.015              |

### 実施例1

三方活栓を備えた1000m三角フラスコにモ ノマーとしてスチレン94重量部,メタクリル酸 メチル6重量部と開始剤としてペンゾイックパー オキサイド1.2 重量部を共に加え混合・溶解しモ ノマー液を作成し、フラスコ内を窒素ガスで約1 時間置換する。また,窒素ガスを流した5ℓフラ スコ内で参考例1で合成したポリカーポネート 300重量部を強力なかくはん機で攪拌しておく。 とのフラスコ内へ上記三角フラスコからモノマー 液を1分間に4cc ずつスプレー状に滴下させる。 スプレー滴下は約150分で終了するが,その後 攪拌した状態で約10時間放置する。放置後純水 2800gを注ぎ85℃まで昇盈し重合を開始し、 85℃で6時間98℃で3時間重合を行なつた。 との時の樹脂内部の残存モノマーは 0.1 重量 18以 下であつた。

このようにして得られた樹脂は脱水・乾燥後射 出成型を行ない,以下の特性を測定した。

全光線透過率はJIS-K-6717 に準じて測定

## を行なつた。

熱変形温度はASTM-D-648-56, アイソット衝撃値はASTM-D-256 に従い, またメルトインデックスはASTM-D-1238 試験法, 230℃, 3.8 kgの条件で, 復屈折は5インチデイスク板を成形して測定を行なつた。

### 比較例1

提拌機およびコンデンサを備えた5ℓセパラブルフラスコに分散剤として塩基性リン酸カルシウム10重量多水懸濁剤42g,ドデシルペンゼンスルフオン酸ナトリウム0004gおよび納水を2400g共に加え、攪拌・混合し懸濁媒体とした。これに下記組成物を加え、攪拌回転数240rpm、窒素雰囲気下にて85℃で6時間、続いて98℃で3時間重合させた。

生成重合体粒子を酸洗・水洗・脱水・乾燥した。 得られた重合体100重量部と参考例1で得られ たポリカーボネート300 重新部混ぜ、押し出し 機により240~280℃で溶融混練を3回行な つた後、射出成型を行なつたが、層状はく離を生 じ成型物は得られなかつた。

### 比較例 2

参考例1で初たポリカーボネート単独を射出成型し実施例1と同様に各特性を測定した。

### 比較例3

比較例1と同様にして得られたスチレン系樹脂
100重量部とポリカーボネート300重量部を よびジオクチルフタレート20重量部を混合し、 押し出し機にて220~260℃の温度で溶融混 練を3回行なつた後、射出成型を行なつた。これ を実施例1と同様に各特性を測定した。

### 実施例2

攪拌機を備えた2ℓセパラブルフラスコに分散剤として5.0重量がリビニルアルコール水溶液24重量部と純水120重量部とを共に加え攪拌・混しるようで加えた。これに下配組成物を加え攪拌回転数720 rpm で強烈に攪拌し分散液を準

その後、85℃で6時間、続いて98℃で3時間乗合させた。生産重合体は水洗・脱水・乾燥後、射出成型を行ない実施例1と同様、各特性を測定した。

契施例3~7及び比較例4~5 (たりカーボート 例が名もパー和 対例のでパン 組成を表すのようにする以外は実施例まに単じ て行なつた。

また、各特性結果は安2に示した。

なお実施例1~2及び比較例2~3の組成も表 2に各特性も表3にあわせて示した。 催した。

(スチレン

9 4 重量部

メタクリル酸メチル

6 重量部

(ベンゾイツクパーオキサイド 4.8 重量部

続いて撹拌機およびコンデンサーを備えた15 ピステンレス製セパラプルフラスコに分散剤としてポリビニルアルコール5 重量多水溶液20 重量 部と純水2400重量部を共に加え、攪拌・混合して分散媒体とした。これに参考例1で得られた ポリカーボネート1200重量部を加え、続いて 下配組成物を加え攪拌回転数540 rpm とし、 窒 紫雰囲気下で下配組成物のモノマーのポリカーポ ネートへの含費を90℃ 3時間行なつた。この時 の水浴液のモノマー濃度は002重量が以下とな り、ほとんどのモノマーがポリカーポネートへ含 没していることを確認した。

スチレン94重量 及びメタクリル酸メチル6 取の空心。 重量 4 からなる混合物300重量部9 この郷液へ, 先に準備した分散液を60℃で注入し、4時間ポ リカーボネートへの含度を行なつた。

| 1年200      | 形を変   | 6 6.7 | 94.0  | 6.0        | ı                              | '    | 1        |                                      |
|------------|---|-------|-------|------------|--------------------------------|------|----------|--------------------------------------|
| (学住 は免量却)  | <b>光教多</b>  | 1900  | 94.0  | 6.0        | ı                              | 1    | 1        |                                      |
| 2          | 元<br>3  | 300   | 94.0  | 6.0        | 1                              | 1    | 2 4.0    |                                      |
|            | 比較例<br>2  |       | ,     |            | 1                              | 1.   |          |                                      |
| 镃          | 実施例7  | 300   | 6 6.4 | . 1        | ı                              | 336  | 1        |                                      |
| 盟          | 医超多   | 300   | 8 4.8 | ı          | 1 5.2                          | ,    | 1 9      | F                                    |
| <b>101</b> | 多福州   | 300   | 94.0  | 6.0        | ı                              | '    | 8.0      | Ī                                    |
| 表 2        | 美热例 4   | 152   | 94.0  | 6.0        | ı                              | 1    | 1        | او<br>م                              |
| i          | 美施例3  | 567   | 9.4.0 | 6.0        | ı                              | ı    | 1        |                                      |
|            | 実范例 実施例 実施例 実施例 実施例 実施例 実施例 比較例 比較例 比較例 1 2 3 4 5 6 7 2 3 4 5 | 300   | 94.0  | <b>6</b> 0 | ı                              | 1    | 1        | ecan.                                |
|            | 実施例<br>1  | 300   | 9 4.0 | 6.0        | l                              | ı,   | 1        | ながらしょ ~ / ほうごゅんがひられ~」 もこれ、ちょう ナンはればら |
|            |   | カーボト  | 7 7   | カリルチル      | シクロ<br>1,0 26)<br>- 8 -<br>メタク | 8847 | 41<br>51 | 7 [6]                                |

|                      | 実施例<br>1 | 実施例<br>2 | 実施例<br>3 | 実施例<br>4 | 実施例<br>5 | 実施例<br>6 | 実施例<br>7 | 比較例<br>2 | 比較例<br>3 | 比較例<br>4 | 比較例<br>5 |
|----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 熱変形<br>温度<br>(℃)     | 120      | 120      | 124      | 110      | 112      | 120      | 120      | 132      | 98       | 129      | 98       |
| 曲げ強<br>度<br>(kg/cm²) | 980      | 1050     | 950      | 800      | 960      | 900      | 980      | 950      | 780      | 950      | 380      |
| 全光線<br>透過率<br>(%)    | 91       | 9 1      | 9 1      | 91       | 91       | 91       | 9 1      | 9 2      | 90       | 9 1      | 9 0      |
| 流動性<br>(g/min)       | 1 2      | 1 2      | 9        | 3 1      | 18       | 10       | 11       | 4.2      | 2 7.0    | 5. 1     | 40以上     |
| 復屈折<br>(nm)          | 10~15    | 10~15    | 15~30    | 5~10     | 10~15    | 10~20    | 10~20    | 40~60    | 5~10     | 40~60    | _        |

表 3 特性

以上の例からわかるように、ポリカーボネート と他の樹脂を単にプレンドしたのみでは相溶性が 悪いため層状剝離を生じ、満足に成形品を得るこ とはできない。

また、相溶剤を用いて相溶させるためには、相溶剤が  $4\sim5$  部以上必要となり、そのため耐熱性が著しく低下する。

本発明に係る光学用樹脂材料はポリカーボネート中に不飽和化合物の重合体が均一に混合されているため、層状剣雕を生ぜず、上記のように相容剤を用いた時のような著しい耐熱性の低下もなく、流動性を大幅に改善できる。

## 応用例

実施例 5 で得られた光学用樹脂材料を樹脂温度 2 9 0 ℃で射出成形し、1 2 0 mm øで厚さ 1.2 mm のデイスク盤用の透明基板を得た。この基板の片面にアルミニウムを蒸着し、さらにその上に保護膜を被覆した。このようにして得られたデイスク盤を4 0 ℃で湿度 1 0 0 5 RH の雰囲気に 7 2 hr 放置した。この後、ディスク盤の中心部のそり

(吸湿歪)および復屈折を測定した。その結果吸湿歪は0.2 mm以下,復屈折は20~40 nm/mmとなつた。これは低分子量(重量平均分子量15.000~18.000〕のポリカーボネートを射出成型して得られるディスク基盤の復屈折性30~80 nm/mmよりも小さく,良好なものであつた。また,成型面の平滑性も低分子量ポリカーボネートよりも優れていた。

### (発明の効果)

本発明に係る光学用樹脂材料は、光学的特性、 耐熱性、強度、耐吸湿性及び流動性に優れ、光デ イスク基盤等の光学用素子で問題となつている複 屈折性を減少化できる。

代理人 弁理士 若 林 邦 彦